

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-202836

⑪ Int.Cl.

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和62年(1987)9月7日

C 03 B 37/027
// G 02 B 6/00

Z-8216-4G
S-7370-2H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑭ 発明の名称 光ファイバ線引用加熱炉

⑮ 特 願 昭61-44214

⑯ 出 願 昭61(1986)3月3日

⑰ 発 明 者 松 田 裕 男 横浜市戸塚区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

⑱ 出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪市東区北浜5丁目15番地

⑲ 代 理 人 弁理士 光石 士郎 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

光ファイバ線引用加熱炉

2. 特許請求の範囲

1. 光ファイバ母材を線引きする際に用いられる加熱炉であって、前記光ファイバ母材を囲むカーボン製の炉心管の少なくとも内面の高温部を2200℃以上の融点を持ち且つ耐酸性を有する被覆層で被覆したことを特徴とする光ファイバ線引用加熱炉。
2. 被覆層及び炉心管の熱膨張係数の差が $3 \times 10^{-4} \text{ mm/deg}$ 以下であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の光ファイバ線引用加熱炉。
3. 被覆層が異なる材質の複数層からなることを特徴とする特許請求の範囲第1項又は第2項記載の光ファイバ線引用加熱炉。
4. 相隣接する複数層の被覆層相互の熱膨張係数の差が $3 \times 10^{-4} \text{ mm/deg}$ 以下であることを特徴とする特許請求の範囲第3項記載の光

ファイバ線引用加熱炉。

3. 発明の詳細な説明

<産業上の利用分野>

本発明は特に石英系光ファイバを線引きする光ファイバ線引装置に関わる。

<従来の技術>

石英系光ファイバは、一般に棒状の石英系ガラス母材を加熱して熔融させたのち、線引きすることにより製造される。かかる石英系光ファイバの製造に際しては、棒状の石英系ガラス母材を清浄な雰囲気中で約1900℃以上に加熱しなければならない。このための加熱炉としては、通常、カーボン炉が主に用いられている。又、カーボン炉外のものとしてジルコニア炉も知られているが、ジルコニア(ZrO₂)は急激な温度変化に弱く、昇温操作や降温操作を極めて緩慢に設定する必要があり、生産性が悪い。また、ジルコニアセラミックス中の焼結助剤や安定化剤等の添加物が炉内雰囲気を汚染し、線引きされる光ファ

イバに悪影響を与える問題があり、加熱炉の主流は、カーボン炉となっている。

このような加熱炉によって線引きする際、特に注意しなければならない点は炉内雰囲気^{47度}の清浄化、即ち溶融した石英ガラス母材及び線引きされた光ファイバ表面の汚染防止である。これは、炉内にカーボンの微粒子や石英ガラスを結晶化させたり、石英ガラスと反応するガスが混在すると、得られる光ファイバの機械強^{47度}が著しく損われるからである。そこで、通常のカーボン炉の場合には高純度で緻密なカーボン炉心管を用い、その内部に清浄な窒素やアルゴン等の不活性ガスを流し、その中で石英系ガラス母材を加熱線引きする方法が採られている。

< 発明が解決しようとする問題点 >

従来の光ファイバ線引用加熱炉は、その内部を密閉構造とすることができないため、不活性ガス中に微量の空気中の酸素が混入することは避けられず、カーボン炉心管内面の特

熱炉のカーボン製の炉心管が被覆層によって保護されており、カーボンが酸化して消耗したりカーボン粉末が生成して光ファイバを汚染するようなことはない。

< 実施例 >

本発明による光ファイバ線引用加熱炉の一実施例の概略構造を要す第1図に示すように、加熱炉3の内部には環状の発熱体6が設けられ、この発熱体6によって取り囲まれた炉心管7が加熱炉3を貫通して設けられている。炉心管7の上端から光ファイバ母材1が炉心管7に沿って下向きに供給され、加熱炉3の発熱体6で加熱された炉心管7の高温領域にて溶融し、図示しない線引き手段により光ファイバ2として形成される。

前記炉心管7はカーボンによって形成され、その内面並びに外面全域には炭化チタン(TiC)の被覆層8が設けられている。かかる被覆層8は、上記炭化チタン以外にも炉心管7の耐

に高温部において酸化消耗が激しく、カーボンの微粒子が発生して炉内雰囲気を汚染し、しかもカーボン炉全体の寿命を非常に短いものとしていた。

本発明は従来技術のかかる問題点に鑑みてなされたもので、線引用の加熱炉内の雰囲気を清浄に保つことによって光ファイバの品質を向上させ、同時に加熱炉自体の耐久性をも向上させ得る光ファイバ線引用加熱炉を提供することを目的とする。

< 問題点を解決するための手段 >

本発明による光ファイバ線引用加熱炉は、光ファイバ母材を線引きする際に用いられる加熱炉であって、前記光ファイバ母材を囲むカーボン製の炉心管の少なくとも内面の高温部を2200℃以上の融点を持ち且つ耐酸性を有する被覆層で被覆したことを特徴とするものである。

< 作 用 >

光ファイバ母材を高温で線引きする際、加

しかも耐酸性を有する被覆材料であれば何でもよい。かかる被覆材料として使用可能な材料の化学式を第1表に示す。

第 1 表

金 属	W, Re, Os, Mo, Ru
炭化物	HfC, TaC, ZrC, NbC, Ta ₂ C, Nb ₂ C, VC, MoC, TiC ₂ , ThC, WC, W ₂ C, UC, U ₂ C ₃ , UC ₂ , B ₄ C, Mo ₂ C, SiC
窒化物	HfN, TaN, Ta ₂ N, BN, ZrN, TiN, UN, ThN, Th ₂ N ₂ , NbN, AlN,
酸化物	TiO ₂ , UO ₂ , HfO ₂ , ZrO ₂ , CeO ₂ , CaO, BeO, SrO, V ₂ O ₅ , Cr ₂ O ₃ ,
硼化物	HfB ₂ , TaB ₂ , HfB, NbB ₂ , ZrB ₂ , TiB ₂ , WB, W ₂ B, Nb ₂ B ₄ , ZrB ₂ , Ta ₂ B ₄ , TiB, ZrB, UB ₂ , TaB, VB ₂ , ThB ₂ , MoB, NbB, VB

尚、炉心管7の基材であるカーボンと被覆層8の熱膨張係数差が大きいと、温度の昇降過程でこれらの界面に歪が発生し、被覆層8にひび割れや剥離が生じやすくなる。このため、炉心管7を構成するカーボンとこれを被覆する被覆層8の材料との熱膨張係数差が問題となるが、その目安は熱膨張係数差にして

$3 \times 10^{-5} \text{ mm/deg}$ 以下であることが実験的に確認された。この差は被覆層 8 の寿命の点から可能な限り小さいことが望ましい。この熱膨張係数差の影響を避ける手段としては、一層以上の段階的熱膨張係数差を持つ被覆層を設けることによって解決できる。この場合も隣接する複数の被覆層間の熱膨張係数差は $3 \times 10^{-5} \text{ mm/deg}$ 以下であることが望ましい。この場合、中間の被覆層の材質の耐酸性は劣るものでも使用可能である。又、炉心管 7 のカーボン是用いるコークス等の原料の種類や加工条件により熱膨張係数を約 $3 \times 10^{-5} \text{ mm/deg} \sim 9 \times 10^{-5} \text{ mm/deg}$ の間で調整することができるので、被覆層 8 の熱膨張係数に対応させて調整することが望ましい。

被覆層 8 を炉心管 7 の表面に形成する方法としては、CVD法やプラズマCVD法又はスパッタリング法等によって緻密に形成することができる。又、被覆層 8 の厚さは 5 マイクロメートルから 1 ミリメートル程度が好ま

しい。これは、1 ミリメートル以上の厚さになると割離し易く、5 マイクロメートル以下では本発明の効果が充分得られないからである。

本実施例では、被覆層 8 を炉心管 7 の内外面全体に形成したが、内面だけや或いは第 2 図に示す本発明の他の一実施例の構造を表す第 2 図に示すように、被覆層 8 を炉心管 7 の内周面の特に高温部分だけに形成しても効果がある。尚、第 2 図中の符号で第 1 図と同一の符号は、この第 1 図のものと同一部分を示す。

第 1 図及び第 2 図に示すこれらの実施例では、加熱炉 3 の中の発熱体 6 を保護するために不活性ガスを供給口 4 から炉内及び炉心管 7 内へ供給し、炉内へ供給された不活性ガスは排出口 5 から排気される。一方、炉心管 7 内へ供給された不活性ガスはこの炉心管 7 の中へ空気が混入するのを防止している。

次に、第 1 図に示すような加熱炉を用いて

行った本発明の実験例と比較例とを以下に示す。

実験例 1

20 マイクロメートル厚の炭化チタンを全面に被覆した内径 30 ミリメートルのカーボン製炉心管を用い、内部に窒素ガスを供給しながら 2100℃ に加熱できる加熱炉により外径 20 ミリメートルの石英系光ファイバ母材から外径 125 マイクロメートルの光ファイバを 10 キロメートル繰引きした。その結果得られた光ファイバは全長に亘って最低引張強度が 3.5 キログラムと非常に強いものが得られた。この炉心管は、連続 10 日間の使用後においても発塵が全く認められず、清浄な雰囲気を保つことができた。

実験例 2

熱膨張係数が $3.2 \times 10^{-5} \text{ mm/deg}$ のカーボン製炉心管の内面に厚さ 50 マイクロメートルの炭化タンタルを被覆した炉心管を室温から 2000℃ への昇温操作を三回行ったと

ころ、炉心管と被覆層との境界に割離を生じた。そこで、カーボンと炭化タンタルとの中間の熱膨張係数を持つ厚さ 20 マイクロメートルの炭化タングステンの中間層を設けたところ、割離は全く発生しなかった。この炉心管を用いて実験例 1 と同一の条件で繰引きを行い、得られた外径 125 マイクロメートルのシングルモード光ファイバに対し全長に亘って強度試験を行ったところ、最低引張強度は 5.2 kg と非常に高い値を得た。

比較例

高純度で緻密なカーボンのみの炉心管を用い、それ以外は全て実験例 1 と同じ条件の下に繰引きを行い、外径 125 マイクロメートルで長さ 10 キロメートルの光ファイバを得た。全長に亘る強度試験の結果、最低引張強度は 0.6 kg しかなかった。又、この炉心管の内面中央部は連続 5 日間の使用によって著しく消耗していた。炉心管内部に窒素ガスを送給して空気の侵入を防止しているにもかかわらず

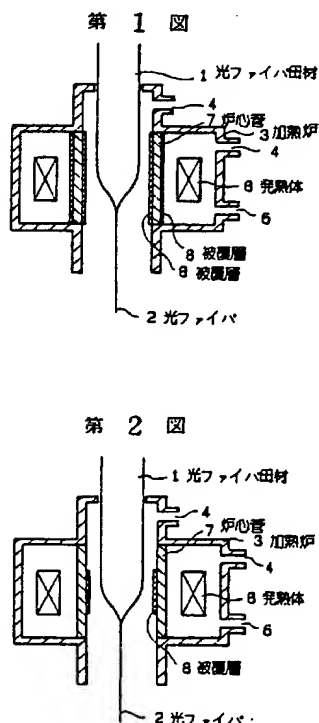
特開昭62-202836(4)

らず若干の空気の混入があり、カーボンが酸化していることも認められた。この比較実験によって、本発明による炉心管の被覆層の効果は極めて著しいことが確認された。

< 発明の効果 >

本発明の光ファイバ線引用加熱炉によれば、加熱炉の炉心管に2200℃以上の融点を持ち且つ耐酸性を有する被覆層を設けたことによって、高温度の線引温度においても炉心管が酸化したり粉塵を発生したりすることがなく、炉心管内の雰囲気極めて清浄に保つことができる。そして、汚染されない環境で光ファイバを線引きすることができるため、極めて引張強度の高い品質の優れた光ファイバを製造することが可能となった。更に炉心管内に混入する微量空気による酸化消耗もなく、長期間安定して品質の優れた光ファイバを生産し得ると共に加熱炉の耐久性が飛躍的に伸び、経済的にも優れた効果がある。

4. 図面の簡単な説明



第1図及び第2図は本発明の光ファイバ線引用加熱炉のそれぞれ一実施例の概略構造を表す断面図である。

図面中、1は光ファイバ母材、2は光ファイバ、3は加熱炉、4は不活性ガスの供給口、5は不活性ガスの排出口、6は加熱体、7は炉心管、8は被覆層である。

特許出願人

住友電気工業株式会社

代理人

弁理士 光 石 士 郎

(他1名)

手続補正書

昭和61年5月12日

特許庁長官殿

1. 事件の表示

昭和61年特許願第44214号

2. 発明の名称

光ファイバ線引用加熱炉

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

大阪府大阪市東区北浜5丁目15番地

(213) 住友電気工業株式会社

4. 代理人

郵便番号107

東京都港区赤坂一丁目9番15号

日本短波放送会館

電話 (583) 7058番

(5752) 弁理士 光 石 士 郎

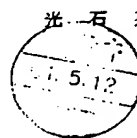
岡 所

(7806) 弁理士

光 石 英 樹

5. 補正命令の日付

自 苑



補正特許請求の範囲

6. 補正の対象

明細書の「特許請求の範囲」及び「発明の詳細な説明」の各欄。

7. 補正の内容

- (1) 特許請求の範囲を別紙の通り補正する。
- (2) 明細書、第4頁下から第5行目、第6頁第1行目、第7頁第9行目及び第11頁第8行目にそれぞれ記載の「耐酸性」を「耐酸化性」と補正する。

8. 添付書類の目録

補正特許請求の範囲

1 通

1. 光ファイバ母材を繰引きする際に用いられる加熱炉であって、前記光ファイバ母材を囲むカーボン製の炉心管の少なくとも内面の高温部を2200℃以上の融点を持ち且つ耐酸化性を有する被覆層で被覆したことを特徴とする光ファイバ繰引用加熱炉。
2. 被覆層及び炉心管の熱膨脹係数の差が $3 \times 10^{-6} \text{ mm / deg}$ 以下であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の光ファイバ繰引用加熱炉。
3. 被覆層が異なる材質の複数層からなることを特徴とする特許請求の範囲第1項又は第2項記載の光ファイバ繰引用加熱炉。
4. 相隣接する複数層の被覆層相互の熱膨脹係数の差が $3 \times 10^{-6} \text{ mm / deg}$ 以下であることを特徴とする特許請求の範囲第3項記載の光ファイバ繰引用加熱炉。

手 続 補 正 書

昭和61年10月31日

特 許 庁 長 官 殿

1. 事件の表示

昭和61年特許願第44214号

2. 発明の名称

光ファイバ繰引用加熱炉

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

大阪府大阪市東区北浜5丁目15番地
(213) 住友電気工業株式会社

4. 代理人

郵便番号107

東京都港区赤坂一丁目9番15号

日本短波放送会館

電話 (583) 7058番

(5752) 弁理士 光石 士郎

同 所

(7806) 弁理士 光石 英 俊

5. 補正命令の日付

自 発

6. 補正の対象

明細書の「特許請求の範囲」並びに「発明の詳細な説明」の欄。

7. 補正の内容

- (1) 特許請求の範囲を別紙の通り補正する。
- (2) 明細書中、第7頁、第1行目及び第8行目にそれぞれ記載の「 $3 \times 10^{-6} \text{ mm / deg}$ 」を、「 $3 \times 10^{-6} / \text{deg}$ 」と補正する。
- (3) 同、第7頁第12、13行目記載の「 $3 \times 10^{-6} \text{ mm / deg} \sim 9 \times 10^{-6} \text{ mm / deg}$ 」を「 $3 \times 10^{-6} / \text{deg} \sim 9 \times 10^{-6} / \text{deg}$ 」と補正する。
- (4) 同、第9頁第17行目記載の「 $3.2 \times 10^{-6} \text{ mm / deg}$ 」を、「 $3.2 \times 10^{-6} / \text{deg}$ 」と補正する。

8. 添付書類の目録

補正特許請求の範囲

1 通

以上

補正特許請求の範囲

1. 光ファイバ母材を線引きする際に用いられる加熱炉であって、前記光ファイバ母材を囲むカーボン製の炉心管の少なくとも内面の高温部を2200℃以上の融点を持ち且つ耐酸化性を有する被覆層で被覆したことを特徴とする光ファイバ線引用加熱炉。
2. 被覆層及び炉心管の熱膨脹係数の差が $3 \times 10^{-6} / \text{deg}$ 以下であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の光ファイバ線引用加熱炉。
3. 被覆層が異なる材質の複数層からなることを特徴とする特許請求の範囲第1項又は第2項記載の光ファイバ線引用加熱炉。
4. 相隣接する複数層の被覆層相互の熱膨脹係数の差が $3 \times 10^{-6} / \text{deg}$ 以下であることを特徴とする特許請求の範囲第3項記載の光ファイバ線引用加熱炉。